

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. ⁷ C08B 11/02	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2005년08월30일 10-0511087 2005년08월22일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호 (22) 출원일자	10-2003-0092006 2003년12월16일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	10-2005-0060397 2005년06월22일
------------------------	--------------------------------	------------------------	--------------------------------

(73) 특허권자 삼성정밀화학 주식회사
 울산 남구 여천동 190

(72) 발명자 김석수
 대전광역시유성구전민동엑스포아파트401동504호

 소정호
 대전광역시유성구전민동엑스포아파트304동504호

 이상구
 대전광역시유성구전민동엑스포아파트211동1202호

 이일용
 대전광역시유성구문지동세종아파트109동406호

 조명승
 대전광역시유성구전민동세종아파트101동401호

 윤경인
 대전광역시유성구송강동청솔아파트513동103호

(74) 대리인 백남훈

심사관 : 강전관

(54) 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법

요약

본 발명은 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 셀룰로오스에 알칼리메탈 히드록사이드를 첨가하여 셀룰로오스의 결정성 구조를 약화시켜 에테르화제의 반응을 촉진시키고 에스테르화제를 연속적으로 투입하는 기존의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법과는 달리, 본 발명에서는 상기 알칼리메탈 히드록사이드를 1차 및 2차로 나누어 첨가하되 상기 1차 알칼리메탈 히드록사이드 첨가시에는 알킬렌옥사이드를 전량 일괄적으로 투입하고, 2차 알칼리메탈 히드록사이드 첨가시에는 알킬할라이드를 전량 일괄적으로 투입하며, 또한 상기 1차 알칼리메탈 히드록사이드 반응 후에는 디알킬에테르를 포함하는 희석기체의 혼합물을 투입하여 셀룰로오스의 결정성 구조를 보다 단 시간

내에 효율적으로 약화시킴으로써, 제조공정에 소요되는 시간을 효과적으로 단축시킬 수 있고, 알킬렌옥사이드 반응수율이 향상되며, 또한, 균일하고 높은 알콕시 및 히드록시알콕시 치환도를 가지는 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법에 관한 것이다.

색인어

알칼리메탈 히드록사이드, 알킬렌옥사이드, 히드록시알킬알킬셀룰로오스

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 셀룰로오스에 알칼리메탈 히드록사이드를 첨가하여 셀룰로오스의 결정성 구조를 약화시켜 에테르화제의 반응을 촉진시키고 에스테르화제를 연속적으로 투입하는 기존의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법과는 달리, 본 발명에서는 상기 알칼리메탈 히드록사이드를 1차 및 2차로 나누어 첨가하되 상기 1차 알칼리메탈 히드록사이드 첨가시에는 알킬렌옥사이드를 전량 일괄적으로 투입하고, 2차 알칼리메탈 히드록사이드 첨가시에는 알킬할라이드를 전량 일괄적으로 투입하며, 또한 상기 1차 알칼리메탈 히드록사이드 반응 후에는 디알킬에테르를 포함하는 희석기체의 혼합물을 투입하여 셀룰로오스의 결정성 구조를 보다 단 시간 내에 효율적으로 약화시킴으로써, 제조공정에 소요되는 시간을 효과적으로 단축시킬 수 있고, 알킬렌옥사이드 반응수율이 향상되며, 또한, 균일하고 높은 알콕시 및 히드록시알콕시 치환도를 가지는 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법에 관한 것이다.

히드록시알킬알킬셀룰로오스는 의약, 건축, 페인트 등의 보조제 또는 첨가제로 사용되는 산업적으로 매우 유용한 화합물이며, 일반적으로 알려진 히드록시알킬알킬셀룰로오스의 제조방법은 다음과 같다.

미합중국특허 제4,477,657에 의하면 잘게 분쇄한 린터펄프에 50 중량% 알칼리메탈 히드록사이드를 처리하고 85 ℃로 승온시킨 후 프로필렌옥사이드를 45 분간 연속주입한 후 45 분간 반응시키고 메틸클로라이드를 60 분간 서서히 연속주입하여 85 ℃에서 2시간 반응시켜 메톡시치환도 17 %와 히드록시프로폭시치환도 24.8 % 및 메틸클로라이드 수율 37.8 %, 프로필렌옥사이드수율 26.2 %를 얻었다.

또한, 잘게 분쇄한 코튼린터에 50 중량% 알칼리메탈 히드록사이드를 처리하고 85 ℃로 승온시킨 후 프로필렌옥사이드를 15분간 주입하고 90 ℃에서 30 분간 반응시킨 후 50 중량% 알칼리메탈 히드록사이드 수용액을 주입하고 메틸클로라이드를 30 분간 주입하여 80 ~ 90 ℃에서 30분간 반응시켜 메톡시치환도 28.0 %와 히드록시프로폭시치환도 12.3 %를 메틸클로라이드수율 42.1 %와 프로필렌옥사이드수율 49.0 %로 얻었다. 그러나, 상기한 방법은 알킬렌옥사이드수율이 낮아 경제적으로 불리한 단점과 히드록시알콕시 치환도가 25 % 이하로 낮다는 단점이 있다.

한편, 미합중국특허 제4,661,589에 의하면 상기의 낮은 수율문제를 해결하기 위하여 다음과 같은 방법을 사용하였다. 잘게 분쇄한 코튼린터에 50 중량% 알칼리메탈 히드록사이드 수용액을 처리한 후 60 ℃에서 15 분간 유지시키고 200 mmHg로 감압한 후 프로필렌옥사이드를 기화상태로 매우 소량씩 서서히 연속주입한다. 희석기체로 디메틸에테르를 30 분간 서서히 주입하고 80 ℃로 승온하여 30 분간 반응시킨 다음 50 중량% 알칼리메탈 히드록사이드 수용액을 투입하고 메틸클로라이드를 매우 소량씩 주입한 다음 80 ℃에서 1시간 반응시켜 메톡시치환도 19.3 %와 히드록시프로폭시치환도 27.5 %를 메틸클로라이드수율 52.4 %와 프로필렌옥사이드수율 44.7%를 얻었다. 그러나, 상기한 방법은 메틸클로라이드와 프로필렌옥사이드수율이 약간 향상되었으나 반응물의 연속주입으로 생산시간이 길어져 생산성이 낮아져 상업적으로 사용하기 어려운 결정적인 단점이 있다 하겠다.

결국, 기존의 선행기술에서는 알콕시 또는 히드록시알콕시 치환도를 향상시키기 위하여 반응물들을 매우 서서히 연속주입하는 방법을 사용함으로써 생산시간이 너무 오래 소요되는 결정적인 단점을 갖고있는 것이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

이에 본 발명의 발명자들은 상기와 같은 종래의 반응물 연속주입으로 인한 생산시간 과다 문제점을 해결하기 위하여 연구 노력한 결과, 셀룰로오스의 결정성을 약화시키기 위해 투입되는 알칼리메탈 히드록사이드를 2회로 구분하여 첨가하고, 상기 1차 및 2차로 투입되는 알칼리메탈 히드록사이드와 각각 반응하는 알킬렌옥사이드와 알킬할라이드를 일괄투입하며, 상기 1차 알칼리메탈 히드록사이드 처리 후 사용되는 희석기체의 혼합비를 조절하여 사용함으로써, 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조공정을 획기적으로 단축시키며, 높은 반응수율로서 균일하고 높은 치환도를 갖는 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 제조할 수 있음을 알게되어 본 발명을 완성하였다.

따라서, 본 발명은 제조공정을 단순화시켜 생산시간을 단축하고 반응수율을 향상시켜 경제적으로도 유리할 뿐만아니라 미반응물을 감소시켜 폐수부하도 감소시킬 수 있는 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 셀룰로오스를 에테르화제와 반응시켜 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 제조하는 방법에 있어서, 셀룰로오스에 상기 셀룰로오스 대비 0.5 ~ 4.0 몰비의 알칼리메탈 히드록사이드를 첨가하여 교반하고 희석기체 혼합물을 투입한 다음, 알킬렌옥사이드 전량을 일시에 투입하여 1차 반응시키는 과정과, 상기 1차 반응 완료 후에 셀룰로오스 대비 1.0 ~ 4.0 몰비의 알칼리메탈 히드록사이드를 투입하여 분산시킨 후 알킬할라이드 전량을 일시에 투입하여 2차 반응시키는 과정을 포함하는 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스의 제조방법을 특징으로 한다.

이와 같은 본 발명을 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.

본 발명은 셀룰로오스에 알칼리메탈 히드록사이드를 첨가하여 셀룰로오스의 결정성 구조를 약화시켜 에테르화제의 반응을 촉진시키고 반응물을 연속적으로 투입하는 기존의 히드록시알킬알킬셀룰로오스 제조방법과 달리, 상기 알칼리메탈 히드록사이드를 1차 및 2차로 나누어 첨가하면서 상기 1차 및 2차 알칼리메탈 히드록사이드 반응시 각각 첨가하는 알킬렌옥사이드와 알킬할라이드를 전량 일괄적으로 투입한다. 또한, 상기 1차 알칼리메탈 히드록사이드 반응 후 혼합비가 조절된 희석기체를 사용하여 셀룰로오스의 결정성 구조를 보다 단 시간 내에 효율적으로 약화시킴으로써, 반응시간을 효과적으로 단축시킬 수 있으며, 균일하고 높은 알콕시 및 히드록시알콕시 치환도를 가지고, 알킬렌옥사이드 반응수율이 향상된 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 제조할 수 있다.

셀룰로오스가 에테르화제와 반응하기 위해서는 단단한 셀룰로오스의 결정성 구조를 약화시켜 주어야 하는데, 알칼리메탈 히드록사이드는 셀룰로오스와 결합하여 결정구조를 팽창시킴으로써 각종 화학물질들이 결합 또는 반응하도록 도와주는 역할을 한다. 상기 알칼리메탈 히드록사이드로는 고체 또는 수용액상태의 알카리메탈 히드록사이드를 사용하며, 사용할 수 있는 알칼리메탈 히드록사이드로는 소듐히드록사이드, 포타슘히드록사이드 및 리튬히드록사이드 등이 있다.

상기와 같이 알카리메탈 히드록사이드로 처리된 셀룰로오스는 상온상태에서 일정시간 균일하게 교반하여 혼합시킬 경우 균일하게 결정성구조가 약화된다. 상기와 같이 상온에서 알카리 처리된 셀룰로오스는 첨가되는 반응물과 용이하게 결합할 수 있는 상태가 되는데, 여기에 에테르화제를 투입하여 상기 셀룰로오스와 결합시키는 것이다. 일반적으로 아릴렌옥사이드 및 알킬할라이드류 등의 반응물들과의 원하는 수준의 치환도를 얻기 위하여 적용되는 알칼리메탈 히드록사이드의 처리 방법에는 사용되는 반응물의 종류에 따라 다소 차이가 있다. 즉, 일정량의 셀룰로오스에 알칼리메탈 히드록사이드 처리비용에 따라 치환체의 치환율이 달라지게 되는데, 원하는 제품을 얻고, 또한, 원하는 특성을 얻기 위하여 알칼리메탈 히드록사이드 처리비용의 조절이 매우 중요하다.

본 발명에서는 메톡시 치환도가 15 ~ 30 %, 히드록시프로폭시 치환도가 15 ~ 35 %가 되도록 그 방법을 조절하고자 하였다.

상기한 목적의 치환도를 얻기 위하여 본 발명에서는 셀룰로오스에 알칼리메탈 히드록사이드의 처리방법을 특이성있게 조절하며, 희석기체의 농도를 특정비율로 조절하였다.

먼저, 셀룰로오스와 셀룰로오스 대비 0.5 ~ 4.0 몰비의 알칼리메탈 히드록사이드를 첨가하여 교반한 후 희석기체를 투입한 다음 알킬렌옥사이드 전량을 일시에 투입하여 1차 반응시키는 과정이다.

먼저, 1차 알칼리메탈 히드록사이드의 처리량을 셀룰로오스 대비 약 0.5 ~ 4.0 몰비로 처리하는데, 더욱 좋기로는 0.5 ~ 2.0 몰비를 사용한다. 알칼리메탈 히드록사이드 사용량이 0.5 몰비 미만인 경우 셀룰로오스의 결정구조가 알킬렌옥사

이드와 반응하기에 부족한 정도로 약화되기 때문에 원하는 치환도를 얻을 수 없을 뿐만 아니라 수율 또한 낮아지게 되고, 4.0 몰비를 초과하는 경우 과다한 알칼리메탈 히드록사이드로 인하여 알킬렌옥사이드가 셀룰로오스와 반응하는 것보다 폴리프로필렌글리콜 등의 부반응물 생성이 높아져 치환도가 낮아지며, 수율 또한 낮아지는 단점이 있다.

상기 알칼리메탈 히드록사이드는 고체 또는 수용액상태의 알칼리메탈 히드록사이드를 사용할 수 있으며, 이때, 상기 알칼리메탈 히드록사이드는 셀룰로오스에 골고루 잘 분산시키는 것이 중요하다. 상기과 같은 알칼리메탈 히드록사이드 처리 후 일정시간 교반시키면 셀룰로오스가 알킬렌옥사이드와 결합하기 좋은 상태가 된다. 상기과 같이 1차 알칼리메탈 히드록사이드 처리 후 회석기체 혼합물을 투입하는데, 본 발명에서는 상기 회석기체 중 디알킬에테르를 65 ~ 95중량%로 사용하고, 디알킬에테르와 함께 사용할 수 있는 것으로는 메틸클로라이드, 에틸클로라이드 및 프로필클로라이드 등 중에서 선택된 기체를 5 ~ 35 중량%로 사용한다. 이때, 상기 디알킬에테르의 사용량이 65 중량% 미만이면 급격한 반응열의 제어가 어렵고 목적하는 치환도를 얻을 수 없으며, 부반응물 생성이 증가한다. 회석기체 혼합물을 투입하여 약 10분에서 1시간 정도 교반하면서 골고루 혼합시킨다. 이렇게 혼합비가 조절된 회석기체를 투입하여 교반시킨 후 셀룰로오스는 알킬렌옥사이드와의 결합하기 더욱 좋은 상태로 되며 원하는 치환도에 따라 셀룰로오스 대비 0.5 ~ 3.0 몰비, 더욱 바람직하기로는 1.0 ~ 2.5 몰비의 알킬렌옥사이드를 사용한다. 상기한 알킬렌옥사이드는 전량을 모두 일시에 투입하여 교반시키며, 상기 알킬렌옥사이드는 알킬렌기의 탄소수가 2 ~ 5 인 것을 사용한다. 상기과 같이 1차 알칼리메탈 히드록사이드 처리된 셀룰로오스와 알킬렌 옥사이드의 회석기체를 투입한 후 반응시키는데, 이때 반응온도는 60 ~ 110 ℃이며, 더욱 바람직하기로는 75 ~ 85 ℃ 범위이고, 반응시간은 30분 ~ 2 시간, 더욱 바람직하기로는 45 분 ~ 1.5 시간이다.

상기한 셀룰로오스와 알킬렌옥사이드의 1차 알칼리메탈 히드록사이드 처리에 의한 반응이 완료되면, 여기에 셀룰로오스 대비 1.0 ~ 4.0 몰비의 알칼리메탈 히드록사이드를 투입하여 분산시키고, 여기에 알킬할라이드를 투입하여 2차 반응시켜서 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 제조한다.

상기 1차 알칼리메탈 히드록사이드 처리가 완료되면, 셀룰로오스 결정 구조 내에 반응하지 않은 히드록시기가 화학물질과 반응할 수 있도록 2차 알칼리메탈 히드록사이드 처리한다. 이 경우 셀룰로오스 내의 히드록시기는 결정구조 밖으로 완전히 노출되어 알킬할라이드 등과 반응하기 좋은 상태로 된다. 이때 사용하는 알칼리메탈 히드록사이드는 셀룰로오스 대비 1.0 ~ 4.0 몰비가 되도록 하며 골고루 분사시키는 것이 중요하다. 이때, 상기 2차 알칼리메탈 히드록사이드 사용량이 1.0 몰비 미만인 경우 셀룰로오스와 알킬할라이드가 충분히 반응하지 못하여 알콕시 치환도가 낮아지고 수율도 저하되는 단점이 있으며, 알칼리메탈 히드록사이드 사용량이 4.0 몰비를 초과하는 경우 알킬할라이드가 반응하기 위한 양보다 과량이므로 경제적이지 못할 뿐만 아니라 과량의 수분으로 인해 염성분 생성이 촉진되어 알킬할라이드 수율을 저하시키는 단점이 있다.

여기에 일반적으로 메틸클로라이드 등의 알킬할라이드를 일시에 전량 투입하고 70 ~ 120 ℃에서 반응시키며, 바람직하기로는 85 ~ 95 ℃ 범위이다. 이때, 반응시간은 1 시간 정도가 적당하다. 알킬할라이드는 셀룰로오스 대비 2 ~ 6 몰비로 사용할 수 있다. 상기 알킬할라이드는 알킬기의 탄소수가 1 ~ 24 인 것을 사용할 수 있다.

상기 반응결과 합성된 히드록시알킬알킬셀룰로오스는 메톡시 치환도가 15 ~ 35 %이며, 히드록시프로폭시 치환도가 15 ~ 30 % 였으며, 알킬할라이드 수율 55 %와 프로필렌옥사이드 수율 50 %이상을 얻을 수 있었다. 또한, 균일한 치환도를 가질 뿐만아니라, 불용성물질 함량도 0.02 중량% 이하로서 품질이 우수하며, 이는 산업적으로 널리 사용되는 계면활성용으로서 매우 적합한 물성을 갖는다.

즉, 본 발명의 방법에 의하며, 원하는 치환도를 갖는 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 얻을 수 있다.

이하 본 발명을 실시예에 의거 더욱 상세히 설명하겠는 바, 본 발명이 다음 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

실시예 1

잘게 분쇄한 천연펄프 7 kg을 고압반응기에 투입한 후 상온에서 50 중량% 농도의 1차 소듐 히드록사이드 수용액 4.5 kg을 분사노즐을 통하여 교반시키면서 펄프에 골고루 분사시켰다.

상기 1차 소듐 히드록사이드 투입완료 후 진공펌프로 진공을 걸고, 진공이 잡힌 상태에서 회석기체로서 디메틸에테르 95 중량%, 메틸클로라이드 5 중량%의 혼합기체 6.0 kg을 투입한 후 프로필렌옥사이드 4.0 kg을 일시에 투입하여 교반하였다. 상기 반응기 온도를 80 ℃ 로 승온시킨 다음 1시간 동안 반응시켰으며, 이때 반응기 압력은 10 kg/cm² 이하가 되도록 조절하여야 한다.

상기 1차 소듐 히드록사이드 반응완료 후 50 중량% 농도의 2차 소듐 히드록사이드 수용액 5.0 kg을 골고루 분사시킨 다음 메틸클로라이드 7.0 kg을 투입하고, 90 ℃로 승온시켜서 1시간 반응시켰다. 이때 반응기 압력은 20 kg/cm² 가 되도록 조절하였다. 반응이 완료되면 압력을 해지시킨 다음 끓는 물을 사용하여 여과하고 건조, 분쇄하여 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 얻었으며, 그 결과는 다음 표 1에 나타내었다.

실시예 2

상기 실시예 1과 동일하게 실시하되 1차 소듐 히드록사이드 투입후 1시간 동안 교반, 혼합한 후 프로필렌옥사이드와의 반응을 수행하였다. 그 결과는 다음 표 1에 나타내었다.

실시예 3

상기 실시예 2와 동일하게 실시하되 소듐 히드록사이드 수용액 농도를 45 중량%로 하여 교반, 혼합한 후 프로필렌옥사이드와의 반응을 수행하였다. 그 결과는 다음 표 1에 나타내었다.

실시예 4 ~ 6

상기 실시예 1과 동일하게 수행하되 희석기체를 디메틸에테르 : 메틸클로라이드를 65 ~ 95 중량% : 5 ~ 35 중량%로 하여 반응을 수행하였다. 그 결과는 다음 표 1에 나타내었다.

비교예 1

잘게 분쇄한 천연펄프 7 kg을 고압반응기에 투입한 후 상온에서 50 중량% 농도의 소듐 히드록사이드 수용액 4.5 kg을 분사노즐을 통하여 교반시키면서 펄프에 골고루 분사시켰다. 상기 소듐 히드록사이드 투입완료 후 진공펌프로 진공을 걸고, 반응기 온도를 60 ℃로 승온한 다음 15 분 가량 반응시키고 진공도 121 mmHg로 조절한 후 프로필렌옥사이드를 1.5 시간 동안 연속주입하였다.

희석기체로서 디메틸에테르 함량 52 중량% 43 중량%의 메틸클로라이드, 프로필렌옥사이드 5 중량%의 혼합 기체를 투입하고 80 ℃에서 30분간 반응시켰다. 여기에, 50 중량% 농도의 소듐 히드록사이드 수용액을 투입하고 1시간 10분정도 메틸클로라이드를 연속주입하고, 80 ℃에서 1시간 반응시켜 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 얻었으며, 그 결과를 다음 표 2에 나타내었다.

비교예 2

상기 비교예 1과 동일하게 실시하되 진공도와 프로필렌옥사이드 투입속도를 달리하여 실시하였다. 그 결과는 다음 표 2에 나타내었다.

비교예 3

상기 비교예 1과 동일하게 실시하되 소듐 히드록사이드를 모두 투입 후 반응물을 연속주입하지 않고 실시하였다. 그 결과는 다음 표 2에 나타내었다.

표 1.

	실시예1	실시예2	실시예3	실시예4	실시예5	실시예6
메톡시치환도 (%)	20.8	20.0	20.0	19.9	20.3	20.4
히드로프로폭시 치환도 (%)	26.5	25.3	27.0	26.5	26.2	25.8
메틸클로라이드 수율 (%)	54.9	55.7	54.5	54.0	54.3	54.6
프로필렌옥사이드 수율 (%)	51.8	52.3	51.6	51.5	51.3	51.0

불용성물질 (중량%)	0.015	0.015	0.02	0.02	0.02	0.02
희석기체조성비 ¹⁾ (중량%)	95:5	95:5	95:5	93:7	90:10	80:20
1)디메틸에테르: 메틸클로라이드						

표 2.

	비교예1	비교예2	비교예3
메톡시치환도(%)	19.0	20.2	19.0
히드로프로폭시치환도(%)	26.0	25.4	26.0
메틸클로라이드수율(%)	52.4	53.8	51.1
프로필렌옥사이드수율(%)	44.7	42.6	43.4
불용성물질(중량%)	0.05	0.3	0.05
초기압력(mmHg)	121	175	760
프로필렌옥사이드투입시간(분)	90	60	-

상기 표 1 및 표 2에 나타난 바와 같이, 본 발명의 실시예 1 ~ 6의 경우 균일한 치환도를 갖을 뿐만 아니라 불용성물질 함량도 0.02 중량% 이하로서 품질이 우수하며, 결정적으로는 메톡시치환도가 18 ~ 23% 이며, 히드록시프로폭시치환도가 20 ~ 30 %범위이고, 메틸클로라이드 반응수율 50 ~ 55% 및 프로필렌옥사이드반응수율 50 % 이상으로 나타나 목적하는 치환율을 나타내는 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 얻을 수 있다.

발명의 효과

상술한 바와 같이, 본 발명은 셀룰로오스의 치환도를 높였으나, 높은 치환도를 얻기 위하여 반응물들을 연속주입함으로써 합성시간이 과다하므로 경제적으로도 불리하며 제조공정이 복잡하던 선행기술에서의 문제점을 알칼리메탈 히드록사이드의 분리투입 비율의 조절과 희석기체 혼합물의 혼합비 조절을 통하여 합성시간을 단축시킬 수 있었다. 또한, 원하는 치환도를 높은 수율로 얻을 수 있으며, 반응효율을 향상시켜 미반응물의 폐수유입을 감소시킴으로써 환경부하를 감소시킨 경제적으로도 매우 유리한 방법이라 할 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

셀룰로오스를 에테르화제와 반응시켜 히드록시알킬알킬셀룰로오스를 제조하는 방법에 있어서,

셀룰로오스에 상기 셀룰로오스 대비 0.5 ~ 4.0 몰비의 알칼리메탈 히드록사이드를 첨가하여 교반하고, 여기에 디알킬에테르 65 ~ 95 중량비와 메틸클로라이드, 에틸클로라이드 및 프로필클로라이드 중에서 선택된 기체 5 ~ 35 중량비가 포함된 희석기체 혼합물을 투입한 다음, 알킬렌옥사이드를 투입하여 1차 반응시키는 과정과,

상기 1차 반응 완료 후에 셀룰로오스 대비 1.0 ~ 4.0 몰비의 알칼리메탈 히드록사이드를 투입하여 분산시킨 후 알킬할라이드를 투입하여 2차 반응시키는 과정

을 포함하는 것을 특징으로 하는 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스의 제조방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 1차 반응은 60 ~ 110 ℃ 범위에서 수행되고, 상기 2차 반응은 70 ~ 120 ℃ 범위에서 수행되는 것을 특징으로 하는 고치환의 히드록시알킬알킬셀룰로오스의 제조방법.

청구항 3.

삭제

청구항 4.

제 1 항에 있어서, 상기 알킬렌옥사이드는 알킬렌기의 탄소수가 2 ~ 5 인 것을 특징으로 하는 고치환의 히드록시알킬알킬 셀룰로오스의 제조방법.

청구항 5.

제 1 항에 있어서, 상기 알킬할라이드는 알킬기의 탄소수가 1 ~ 24 인 것을 특징으로 하는 고치환의 히드록시알킬알킬 셀룰로오스의 제조방법.